

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-027430

(43)Date of publication of application : 28.01.1997

(51)Int.Cl.

H01F 41/02

H01F 1/11

(21)Application number : 07-175954

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 12.07.1995

(72)Inventor : YAMAMOTO MIKIO

HARA ATSUSHI

OGATA YASUNOBU

IWASAKI HIROSHI

KUBOTA YUTAKA

(54) MANUFACTURE OF FERRITE MAGNET

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To realize high performance of magnetic force and improve dehydrate property by grinding sintered ferrite powder fine, then performing secondary sintering at a specific temperature, grinding it fine to a specified grain diameter and molding and sintering it as slurry of a specified wt% concentration by concentrating and kneading, and also adjusting water.



SOLUTION: A raw mixture having a basic composition of $MO.nFe_2O_3$ is used, wherein M is at least one kind of Ba, Sr, Pb and (n) is 5 to 6. After a raw mixture which is sintered, that is, primarily sintered is ground fine to an average diameter of 0.5 to $1.2\mu m$, it is secondarily sintered at 800 to $1000^\circ C$. Thereafter, it is ground fine to an average diameter of 0.5 to $1.2\mu m$ again and formed to a slurry raw material. Thereafter, it is concentrated and kneaded and is molded and baked by adjusting concentration at 65 to 75wt%. Since agglomerate can be thereby sheared and dispersed and becomes fine particle, orientation property is improved during molding in magnetic field and magnetic property is greatly improved. Dehydrate is also improved.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 04.02.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 19.04.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2002-08927

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 17.05.2002

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-27430

(43)公開日 平成9年(1997)1月28日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 41/02 1/11			H 0 1 F 41/02 1/11	D B

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平7-175954

(22)出願日 平成7年(1995)7月12日

(71)出願人 000005083

日立金属株式会社
東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

(72)発明者 山本 幹夫

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式
会社熊谷工場内

(72)発明者 原 教

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式
会社熊谷工場内

(72)発明者 緒方 安伸

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式
会社磁性材料研究所内

(74)代理人 弁理士 大場 充

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 フェライト磁石の製造方法

(57)【要約】

【目的】 磁気特性、特に角型性が良好で、脱水性を改善するフェライト磁石の製造方法を提供する。

【構成】 仮焼した原料混合物を微粉碎した後、800～1000℃で2次仮焼を行い、その後、再び微粉碎してスラリーとした後、濃縮、混練、分散を行って濃度65～75重量%に調整して成形、焼成する。

混合→原料(1次)→粗・微粉碎→原料(2次)→原料・微粉碎→濃縮→混練・分散→成形→焼成

【特許請求の範囲】

【請求項1】 $MO \cdot nFe_2O_3$ ($M: Ba, Sr, Pb$ の内の1種以上、 $n=5 \sim 6$) の基本組成を有するフェライト磁石の製造方法において、仮焼した(1次仮焼)原料混合物を平均粒径 $0.5 \sim 1.2 \mu m$ に微粉碎した後、 $800 \sim 1000^\circ C$ で2次仮焼を行い、その後再び平均粒径 $0.5 \sim 1.2 \mu m$ に微粉碎し、スラリー原料とした後、濃縮して混練を行い、濃度 $65 \sim 75$ 重量%に調整して成形、焼成することを特徴とするフェライト磁石の製造方法。

【請求項2】 2次仮焼後の微粉碎時に Cr_2O_3 を $0.05 \sim 5.0$ 重量%添加することを特徴とする請求項1記載のフェライト磁石の製造方法。

【請求項3】 スラリー原料の濃縮、混練時に、スラリーを 80 重量%以上に濃縮し、ポリカルボン酸アンモニウム、ポリアクリル酸アンモニウム、糖類から選ばれる少なくとも1種以上の分散剤を $0.2 \sim 3.0$ 重量%添加して混練することを特徴とする請求項1記載のフェライト磁石の製造方法。

【請求項4】 $MO \cdot nFe_2O_3$ ($M: Ba, Sr, Pb$ の内の1種以上、 $n=5 \sim 6$) の基本組成を有するフェライト磁石の製造方法において、成形に供する微粉末として、2次仮焼を行った微粉碎粉に1次仮焼を行った微粉碎粉を最大 50 重量%配合し、スラリー原料とした後、濃縮して混練を行い、濃度 $65 \sim 75$ 重量%に調整して成形、焼成することを特徴とするフェライト磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は高磁気特性のフェライト磁石の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 フェライト磁石は、モータ、発電機等の回転機器を含む種々の用途に使用されている。このフェライト磁石の製造方法の一つとして、粒径 $1 \mu m$ 程度のフェライト粉末を含むスラリーを磁場中で湿式成形し、得られた成形体を焼結する、いわゆる湿式法が知られている(例えば特公昭55-6041号、同59-8047号参照)。最近ではフェライト磁石に対する要求特性も厳しくなっており、例えば残留磁束密度(Br)が $4000 G$ 以上で、且つ保磁力(iHc)が $4000 Oe$ 以上といった磁気特性が要求される場合もある。このような高い磁気特性のフェライト磁石を得るためにフェライトの主成分以外に $CaCO_3$ 、 SiO_2 、 H_3BO_3 、 Al_2O_3 、 Cr_2O_3 等を添加することが行われている(例えば特開平2-98106号参照)。またフェライト磁石の磁気特性を高めるために、上記以外にも粒度、モル比等の材料面での検討やスラリー温度や焼結温度等の製造条件の検討が行われている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、残留磁束密度と保磁力を共に向上させることは困難を伴う。すなわち、残留磁束密度を高める為には、配向度を高めてしかも焼結密度を高めることが有効であるが、その為には、焼結温度を高くしてある程度結晶組織を大きくしてやるのが望ましい。一方保磁力の点からは結晶組織を微細化してやるのが望ましい。即ち、高い磁気特性の磁石を得るためには焼結体において(1)結晶粒径を単磁区粒径以下に近付けること、(2)結晶粒の配向度が高い(C軸が異方性方向にそろっている)こと、(3)高密度であること、である。(1)～(3)を達成するには、磁場中成形時に配向度を上げ、更に適正な温度で焼結することが必要であるが、微粉碎工程に於いて、原料粒子を微粒子化することが要求される。このようなスラリー中の微細粒子は物理的あるいは磁氣的に互いに凝集しやすく、十分な配向度が達成されにくいといえる。またスラリー状の微細粒子は次工程の脱水成形工程の脱水性が悪化し、成形工程の生産性が著しく低下する問題がある。そこで、生産性に優れた高性能フェライト磁石を製造する方法として微粒子原料をフィルターやその他の方法で濃縮させた後、ポリカルボン酸アンモニウム等の分散剤を添加して、ニーダで混練し、高濃度のスラリーを作成しこれを脱水成形して製造する方法がある。これにより、脱水水量を減らし成形サイクルの短縮が図れる。またスラリー原料、金型を加温することで水の粘性を低下させ脱水性を改善する方法が提案されている。しかしこれ等の方法は原料の高濃度化による脱水ストロークの短縮や水の粘度の温度依存性で生産性向上に効果はあったものの、本質的な磁粉の特性を変化させ脱水性の向上を満足させるものではなかった。これに対し、磁粉に熱処理を加え、磁力や脱水性を改善することが提案されている(特開平6-20819、特開平6-290923)。しかし、これ等の方法は、脱水性に関して改善は認められるものの、磁気特性が、容易に期待どおりに改善されなかったり、フェライト磁石の実際の使用時に問題となるB-Hカーブの角型性が著しく悪化するような問題点があった。従って、本発明の目的は磁力を高性能化すると共に脱水性を改善するフェライト磁石の製造方法を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成する為に、本発明は $MO \cdot nFe_2O_3$ ($M: Ba, Sr, Pb$ の内の1種以上、 $n=5 \sim 6$) の基本組成を有する仮焼(1次仮焼)したフェライト粉末を微粉碎した後、更に仮焼(2次仮焼)、微粉碎し、脱水又はその他の方法で濃縮、混練して水分調節をして高濃度スラリーとして成形、焼結するという技術的手段を採用した。従来の一般的なフェライト磁石の製造方法は、混合、仮焼反応等によって得られたフェライト生成物を粗粉碎、微粉碎することによりフェライト粉末を得ていた。この得られた粉

末の粒度分布巾は広く、目標粒度より極端に小さい微粉末や粉砕されてない粗粉末が混在しており、この残存する粗粉を微細化する為に粉砕時間を長くする等の手段を用いていた。その結果、過粉砕の傾向となり微粉末の割合が多くなり、成形時の脱水性の悪化、成形歩留の低下、焼成時の異常粒成長に起因する磁気特性の低下等の現象がみられた。脱水性を改善し、成形歩留を向上させ、高い磁気特性を有するフェライト磁石を得る為には、組成及び物性が適当に制御されたフェライト粉末を準備することに加えて、粒度分布をシャープに均一化し、フェライト粉末がスラリー中で凝集しないことが重要である。そこで本発明者は、混合、1次仮焼、微粉砕した粉を再び仮焼することにより極端に小さい微粉末が、近接する大きい粒子に取込まれ、その結果粒度分布巾をシャープにし均一化できることを利用した。次にフェライト粉末がスラリー中で独立して存在し得る状態即ち、凝集させない方法を検討した結果、フェライト粉末を含むスラリーを微粉砕後、濃縮して高濃度のスラリー状態にして、混練することにより、剪断力が加えられ、凝集が解かれて、配向性が向上し、磁気特性が向上することを見出した。また混練時に分散剤を添加することにより分散剤の吸着による表面改質で良好な分散状態となり、更に磁力が向上することを見出した。本発明のフェライト磁石の製造方法の一例を図1に示す。1次仮焼後、アトライター、ボールミル等の微粉砕機で平均粒径0.5~1.2 μm に微粉砕する。次にこの微粉砕粉を内燃式又は外燃式ロータリーキルンやこう鉢を用いた連続熱処理炉で800℃~1000℃の2次仮焼を行う。ここで、処理温度800℃未満では微粉末の成長が行われず、1000℃を越えると粒子が焼結して強く固着する為、磁気特性が低下するか、さらに強い微粉砕が必要となり、熱処理の効果が消滅する。2次仮焼後、解砕し、アトライター、ボールミル等の微粉砕機で平均粒径0.5 μm ~1.2 μm に微粉砕する。この微粉砕時に Cr_2O_3 を0.05~5.0重量%添加する。 Cr_2O_3 のクロームは通常3価で安定に存在するが、熱処理による酸化作用で6価に変化した際、湿式微粉砕時に水に溶出する現象が見られた。この傾向は800℃以下の比較的低温処理時に顕著である。これに対し、わずかの6価クロームの流出をも防止する為、2次仮焼後添加することが有効であり、 Cr_2O_3 の添加時期を2次仮焼の後にすることで添加量を安定化させることが出来る。添加割合は0.05重量%未満では効果がなく、5重量%を越えると残量磁束密度(Br)が低下する為0.05~5.0重量%が望ましい。微粉砕後、フィルタープレス、遠心脱水機又は乾燥等により、脱水脱液して濃度80重量%以上に濃縮する。次に濃縮したスラリーを双腕型パッチ式ニーダ又は連続混練機等を用いて、混練し機械的な剪断力を加える。効果的な剪断力を加えるにはスラリー濃度は80重量%以上が望ましい。混練時には、

ポリカルボン酸アンモニウム、ポリアクリル酸アンモニウム、糖類から選ばれる少なくとも1種以上の分散剤を0.2~3.0重量%添加して混練することが望ましい。分散剤の添加割合は磁粉の粒径により異なるが0.2~3.0重量%が好ましい。0.2重量%未満では効果がなく、3.0重量%を越えるとiHc(保磁力)は向上するが、焼成時の脱バインダーの障害となったり、Br(残留磁束密度)が低下する。混練分散後は、水を調合してスラリー濃度65~75重量%に濃度調整し、成形、焼成を行う。スラリー濃度が65重量%未満では、成形能率が悪く75重量%を越えると磁気特性が悪くなる。また成形に供する微粉末として2次仮焼を行った微粉砕粉に1次仮焼を行った微粉砕粉を最大50重量%配合し、スラリー原料とした後、濃縮して混練を行い、濃度65~75重量%に調整して成形、焼成することによっても同様の効果が得られる。

【0005】

【作用】本発明の製造方法によると、極端に微細な微粉末と比較的大きな大粒子の混在している粒度分布巾の広い粉末を2次仮焼することにより、微粉末が大粒子に取込まれて粒度分布が全体的に粒径の大きい方へ変化し、この粉末を微粉砕すると粗粉末や熱処理による凝集粒子が優先的に粉砕され、粒度分布の狭い、即ちシャープな粒度分布の粉が得られる。次にこの粉を濃縮して、混練機により混練作用を施すことにより、機械的な剪断力を加え、磁氣的、物理的に凝集した凝集塊を解き、混練時に分散剤を添加することにより、磁粉粒子の表面改質がなされ分散性が增大する。混練して、剪断作用により効果的に分散させた混練後のスラリー中の粉末は微細粒子となるため、次工程の磁場中成形時に配向性が向上し、磁気特性とB-Hカーブの角型性が向上するのである。微粉砕粉の粒度は微細なほど、磁気特性的に有利であるが、粉の性質上、微細化すればするほど凝集性が増大し、相反する現象が発現されるのである。しかし本発明のような製造方法を行わせることにより、凝集を防ぐことができると共に、極端な微粒子が消滅することで脱水性が大巾に改善され、サイクル時間を短縮することが出来る。

【0006】

【実施例】以下、実施例を述べるが本発明はこれに限定されるものではない。

(実施例1) 酸化鉄と炭酸ストロンチウムのモル比を5.85とし、 SiO_2 を添加物として0.2wt%加え、1300℃の温度でロータリーキルンにより仮焼して得たストロンチウムフェライト磁粉(10 μm)を原料磁粉とする。これに添加物として SiO_2 0.3wt%、 CaCO_3 0.8wt%、 SrCO_3 0.6wt%添加した後、アトライターにより8.5時間の微粉砕を行い、平均粒径0.54 μm のフェライト磁粉スラリーを得た。これを水分1.0wt%以下に乾燥した後、85

0℃、900℃、950℃の温度で2時間の熱処理を行った。さらにこれら三種類の焼成磁粉にアトライターを用いて2回目の微粉碎を平均粒径0.6μmを目標に行った。この2回目の微粉碎に於いて、Cr₂O₃0.8wt%及び溶出するSr²⁺を補集する目的で0.3wt%のNH₄(H)CO₃を添加した。このようにして得たスラリー原料を磁場中で脱水成形し、1195～1210℃の範囲で焼成し、表1に示す磁気特性をもつフェライ*

ト磁石を得た。表1の中での脱水指数とはφ40の円柱状テストピース金型を用い、一定濃度(50wt%)一定量のスラリーを充填し、一定圧力(37kg/cm²)で脱水成形した際、脱水が進行し平衡状態となるまでの時間を求め、この時得られた成形体の厚みを15mmとして求めた。

【0007】

【表1】

No	最初の微粉碎 粒度(μm)	熱処理 温度(℃)	二次微粉碎(μm)		脱水指数	Br(G)*
			平均粒径	粉碎時間		
1	0.54	無	—	—	558	4080
2		850	0.59	1.0hr	152	4120
3		900	0.58	2.0	208	4160
4		950	0.58	3.0	275	4140

Br(G)*…iHc=4000Oeの時のBr値

【0008】表1に示すように、磁粉に熱処理を加え、2回目の微粉碎を行うことにより熱処理を行わないNo.1に比較し、No.2～4のように磁気特性を改善し、さらに脱水性を大巾に改善していることが明らかである。高性能フェライト磁石の製造に於いて、高性能化を追求すれば微粒子化は必要不可欠な条件であるが、この為脱水成形時間が長時間となり生産性を大きく低下させ、しかも金型からの原料モレの問題から品質を低下させる。しかし実施例1の処理により、生産性を低下させ※

20※ることなく高性能化が図れることが可能となった。

【0009】(実施例2)実施例1の条件に於いて、磁気特性の評価をヒステリシスカーブと残留磁束密度Br及び保磁力iHcで行ったが、ヒステリシスカーブで評価するとNo.1の処理粉に対して劣るという結果となった。表2にNo.1、2の磁気特性値を示す。

【0010】

【表2】

No	最初の微粉碎 粒度(μm)	実施例(1) の処理	Br(G)	iHc(Oe)	Br(Oe)	(BH) _{max} MGOe
1	0.54	無	4080	3815	3995	4.10
2		850℃焼成後 0.59μ再粉碎	4120	3650	4000	4.08

【0011】図2及び図3にNo.1とNo.2の試料の磁気特性のヒステリシスカーブを示す。熱処理後のヒステリシスカーブ(図2)では角型化が悪化しており、bHc値も大きく低下している。この問題を解決する目的で特願平6-156287で示したと同様の混練分散処理を加えた。実施例1のNo.2試料(表1、2のNo.2)をベース粉砕原料とし、実施例1の処理後、さらにフィルタプレスで脱水を行い、スラリー固形分濃度82wt%とした。この脱水原料の固形分重量に対し、分散剤(ポリカルボン酸NH₄(商品名:サンソブ

コSN-DIS-5468)を固形分として、0.4wt%、0.5wt%、0.6wt%添加し、双腕ニーダを用い20分間混練する。混練後、水を添加しながらさらに混練均質化を行い、固形分濃厚75wt%のフェライト磁石成形用原料スラリーを調整した。これら試料の磁気特性を表1、2に示したNo.1、2の結果と対比させて表3に示す。

【0012】

【表3】

No	850℃熱処理 2回目微粉碎	混練分散 分散剤添加	Br(G)	μHc(Oe)	iHc(Oe)	(BH) _{max} MGOe
1	無	無	4080	3815	3995	4.10
2	有	無	4120	3850	4000	4.08
5	有	有 0.4wt%	4265	3970	4112	4.36
6	有	有 0.5wt%	4242	3948	4128	4.32
7	有	有 0.6wt%	4258	3848	4000	4.32

【0013】表3のNo. 5の磁気特性のヒステリシスカーブを図4に示す。これらの一連の実施例1、2の検討から、従来のフェライト磁石の製造工程に加えて、微粉碎原料を熱処理を行い（800～1000℃）、2回目の微粉碎後、濃縮して（82wt%以上）分散剤と混練分散し、水を添加して得た原料スラリーは角型性とヒステリシスカーブの磁気特性を大巾に改善された優れたものとなったといえる。

【0014】（実施例3）酸化鉄と炭酸ストロンチウムのモル比を5.85とし、SiO₂を添加物として0.2wt%加え、1300℃の温度でロータリーキルンにより仮焼して得たストロンチウムフェライト磁粉（10μm）を原料磁粉とする。これに添加物としてSiO₂ 0.3wt%、CaCO₃ 0.8wt%、SrCO₃ 0.5wt%添加した後アトライターで微粉碎を行い、平均粒径0.95μmのフェライト磁粉スラリーを得た。これ*

10*を水分1.0%以上に乾燥した後900℃2時間の熱処理を行った。この時の平均粒径は1.19μmである。同じアトライターを用い再度平均粒径0.95μmに微粉碎を行い、フィルタープレスで脱水して、固形分濃度82wt%の高濃度原料を得た。これをニーダー中でポリカルボン酸アンモニウム塩からなる分散剤0.4wt%と一緒に20分間混練した後、水を加え水分調節を行い、固形分濃度75wt%とした。この原料スラリーを用いたフェライト磁石の磁気特性と脱水性の結果を表4に示す。No.10の脱水性がNo.9と比較しやや悪化するの、分散剤の影響によるものであるが、熱処理を実施しないNo.8と比較し脱水性及び磁気特性が大巾に改善されたといえる。

【0015】

【表4】

No	最初の微粉碎 粒度(μm)	熱処理 温度(℃)	二次微粉 砕(μm)	混練分散 分散剤(%)	脱水指数	Br	μHc	iHc	(BH) _{max} MGOe
8	0.95	無	無	無	85	4142	3168	3282	4.08
9		900	0.8	無	65	4040	3536	3736	3.84
10				有 0.4wt%	70	4224	3138	3232	4.24

【0016】表4、No. 10の試料に示すように、熱処理-二次粉碎-混練分散の処理を行うことで、脱水性と磁気特性の二つの特性が大巾に改善されることは明らかである。この脱水性の効果は最初の微粉碎粒度が平均粒度1.2μm以上であっても同様の効果が得られるが、このような粒子径であれば、本発明に示す処理を行わなくとも、もともとの原料スラリーが良好な脱水性を示すことから、最初の微粉碎粒度の上限は1.2μmとした。

【0017】（実施例4）酸化鉄と炭酸ストロンチウムのモル比を5.85とし、SiO₂を添加物として0.2wt%加え、1300℃の温度でロータリーキルンにより仮焼して得たストロンチウムフェライト磁粉（10μm）を原料磁粉とする。これに添加物としてSiO₂ 0.3wt%、CaCO₃ 0.8wt%、SrCO₃ 0.6

wt%添加した後、アトライターにより微粉碎を行い、平均粒径0.48、0.67μmのフェライト磁粉スラリーを得た。これを水分1.0wt%以下に乾燥した後、900℃2時間の熱処理を行った。アトライターを用い追加の添加物としてCr₂O₃ 0.8wt%、重炭酸アンモニウム0.3wt%を加え2次微粉碎を行い、平均粒径0.60μmとし、これらをフィルタープレスで脱水し、固形分濃度82wt%の脱水原料を得た。ポリカルボン酸アンモニウムからなる分散剤を1.0wt%加え、ニーダーで20分混練分散した後、水を加えて水分調節を行い、固形分濃度75wt%とした。この原料スラリーを用いたフェライト磁石の磁気特性と脱水性の結果を表5に示す。

【0018】

【表5】

No	最初の微粉碎 粒度 (μm)	熱処理 温度 ($^{\circ}\text{C}$)	二次微粉碎 粒度 (μm)	混練分散 分散剤 (%)	脱水指数	Br	Hc	iHc	(BH) _{max} MGOe
11	0.48	無	無	無	510	4020	3782	4185	3.91
12				有1.0	540	4245	3920	4100	4.42
13		900	0.60	無	226	4018	3622	4328	3.76
14				有1.0	237	4245	3992	4466	4.45
15	0.67	無	無	無	310	4080	3810	3985	3.98
16				有1.0	328	4105	3830	4035	4.12
17		900	0.61	無	183	4010	3765	4400	3.90
18				有1.0	195	4240	3995	4405	4.43

【0019】本発明による磁粉の処理は、磁気特性、脱水性ともに大巾に改善することは表4の結果からも明らかである。一般にフェライト磁石の高性能化には微粒子化が不可欠な条件である。表4に示すように従来法による最初の微粉碎の平均粒径0.48 μm と0.67 μm を比較した場合(No.11とNo.15)、No.11は保磁力iHcに優れNo.15は配向性に関係するBrが優れる。これらにボルカルボン酸アンモニウムを1wt%加え混練分散したNo.12とNo.16の比較ではNo.12の配向性が改善され、良好なBr値が得られるが、本発明による熱処理を行っていないので、脱水性は非常に悪い。本発明による熱処理と混練分散を合わせて行ったNo.14とNo.18は磁気特性のBr値とHc値のいずれも大巾に改善されしかも脱水性も改善されていることがわかる。磁気特性の観点からは*

*最初の微粉碎平均粒径が0.48 μm のNo.14がわずかに優れるが、逆に脱水性の観点からはNo.18が22%も優れ、最初の微粉碎粒径が0.63 μm のNo.18が総合的に優れているといえる。量産製造工程での微粉碎能力の制約からも微粉碎粒度を0.5 μm 以下とする為には長時間の微粉碎時間が必要で、しかも成分変動の危険を伴うことから、平均粒径0.5 μm 以上が適当といえる。

【0020】(実施例5)実施例1と同条件の試料に於いて、熱処理条件を700~1100 $^{\circ}\text{C}$ の範囲に上げその効果を確認した。表5に各試料の0.58~0.6 μm までに2次粉碎するまでの粉碎時間、脱水指数、磁気特性を示す。

【0021】

【表6】

No	最初の微粉碎 粒度 (μm)	熱処理 温度 ($^{\circ}\text{C}$)	二次微粉碎 (μm)		脱水指数	Br(G)*
			平均粒径	粉碎時間		
1	0.54	無	—	—	558	4080
2		850	0.59	1.0Hr	152	4120
3		900	0.58	2.0	208	4160
4		950	0.58	3.0	275	4140
19		700	0.55	0.2	320	4150
20		800	0.59	0.4	168	4140
21		1000	0.59	3.5	298	4085
22		1050	0.60	4.5	363	3970
23		1100	0.61	5.5	458	3850

Br(G)*...iHc=4000Oeの時のBr値

【0022】熱処理温度は1000 $^{\circ}\text{C}$ 以上高温化すると磁粉同志の強い凝着(焼き固まり)が生じ、2次微粉碎に必要な粉碎時間が長時間化する。この為、本発明で特長とする脱水性が悪化するとともに、凝着した2次粒子が2次粉碎後も多数残留する為、磁場配向性が悪化し磁気特性が低下する。又、800 $^{\circ}\text{C}$ 以下に低温下した場合は、逆に熱処理の効果が小さくなり、脱水性が低下する傾向が生じた。この検討から熱処理温度範囲を800~1000 $^{\circ}\text{C}$ とした。

【0023】

【発明の効果】本発明の製造方法によれば、仮焼した原料混合物を平均粒径0.4~1.2 μm に微粉碎した後、800~1000 $^{\circ}\text{C}$ で2次仮焼を行い、その後再び平均粒径0.4~1.2 μm に微粉碎し、スラリー原料とした後、濃縮して混練を行い、濃度65~75重量%に調整して成形することにより、フェライト粉末の粒度分布巾をシャープにし、凝集塊を剪断分散することが可能となり微細粒子となる為、磁場中成形時に配向性が向上し、磁気特性が大巾に改善され、さらに角型性が良くなり磁気特性が向上し、あわせて脱水性も向上し、工業

的価値は高い。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明フェライト磁石の製造工程。

【図2】試料No. 1のヒステリシスカープ。

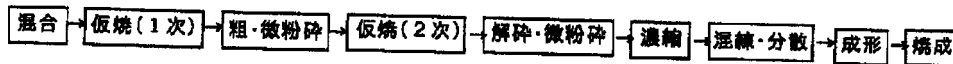
*【図3】試料No. 2のヒステリシスカープ。

【図4】試料No. 5のヒステリシスカープ。

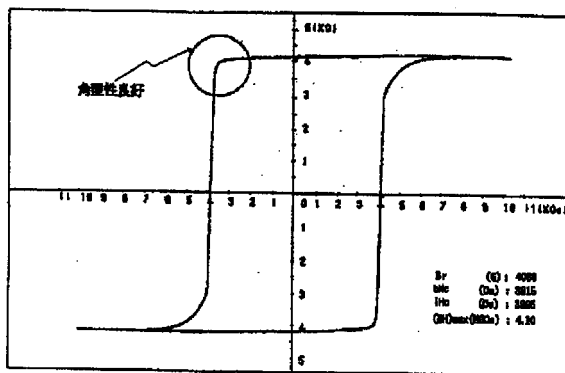
【符号の説明】

* なし

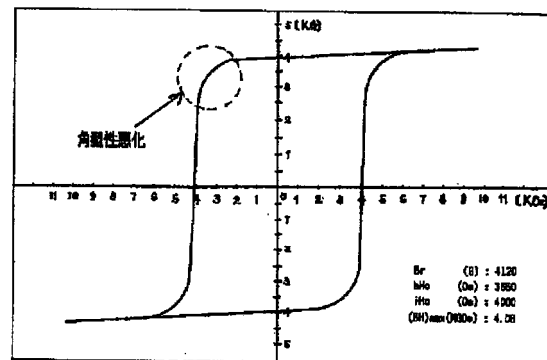
【図1】



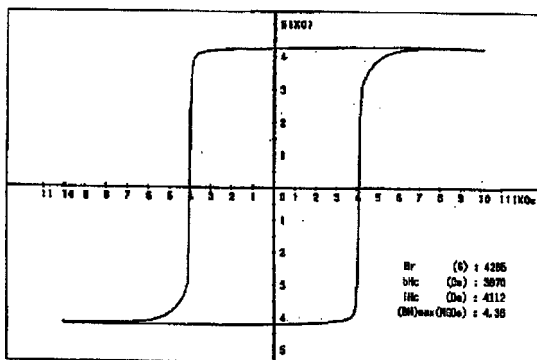
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 岩崎 洋

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式会社磁性材料研究所内

(72)発明者 久保田 裕

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式会社磁性材料研究所内